

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 05-008346

(43)Date of publication of application : 19.01.1993

(51)Int.Cl.

B32B 9/00
B32B 7/02
B32B 7/10
B32B 27/30
B65D 65/40
G23C 14/10
H05B 33/04

(21)Application number : 03-298490

(71)Applicant : MITSUBISHI KASEI POLYTEC CO

(22)Date of filing : 17.10.1991

(72)Inventor : SAWADA TSUTOMU
OHASHI SHINICHI
YOSHIDA SHIGENOBU

(30)Priority

Priority number : 40227840 Priority date : 17.10.1990 Priority country : JP

(54) HEAT-RESISTANT MOISTUREPROOF FILM

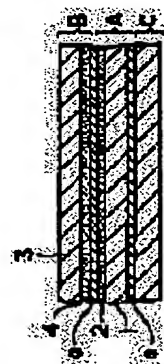
(57)Abstract:

PURPOSE: To provide a heat-resistant and moistureproof film consisting of a laminated plastic film with excellent transparency and moistureproof characteristics.

CONSTITUTION: This film consisting of each layer defined as described in (a)–(c) and wherein the second layer is bonded on one face of the first layer and the third layer is bonded on another face of the first layer.

(a) The first layer A consists of a monolayered body or a laminated body constituted of a base film consisting of PVA with a degree of saponification of 99mol% or higher and a transparent silicon oxide thin film (an SO thin film) formed on at least one face thereof. (b) The second

layer 3 is constituted of a monolayered body or a laminated body of a film consisting of a transparent plastic except PVA and wherein on at least one face of at least one film, a transparent SO thin film 4 with a thickness of 100–5,000 μ m is formed and at least one layer of a heat-resistant transparent film having the sum of the absolute values of heat shrinkage in the longitudinal and transverse directions of 1% or smaller when it is heated at 150°C for 30min and a light transmission of 85% or higher is incorporated. (c) The third layer C consists of a heat-sealable resin layer.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

23.06.1998

BEST AVAILABLE COPY

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-8346

(43)公開日 平成 5年(1993) 1月19日

(51)Int.Cl. ³	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
B 3 2 B 9/00	A	7365-4F		
7/02		7188-4F		
7/10		7188-4F		
27/30	1 0 2	8115-4F		
B 6 5 D 65/40	A	9028-3E		

審査請求 未請求 請求項の数 5 (全 15 頁) 最終頁に続く

(21)出願番号 特願平3-298490

(22)出願日 平成 3 年(1991)10月17日

(31)優先権主張番号 特願平2-278406

(32)優先日 平 2 (1990)10月17日

(33)優先権主張国 日本 (J P)

(71)出願人 000006046

三菱化成ポリテック株式会社

東京都千代田区丸の内 2 丁目 5 番 2 号

(72)発明者 沢田 勉

茨城県牛久市東端穴町1000番地 三菱化成

ポリテック株式会社筑波工場内

(72)発明者 大橋 慎一

茨城県牛久市東端穴町1000番地 三菱化成

ポリテック株式会社筑波工場内

(72)発明者 吉田 重信

茨城県牛久市東端穴町1000番地 三菱化成

ポリテック株式会社筑波工場内

(74)代理人 弁理士 岡田 数彦

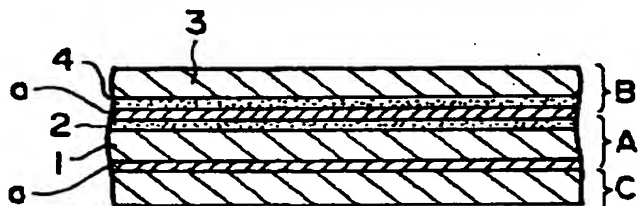
(54)【発明の名称】 耐熱性防湿フィルム

(57)【要約】

【目的】優れた透明性と防湿性を有する積層プラスチックフィルムより成る耐熱性防湿フィルムを提供する。

【構成】下記 (a) ~ (c) の通り定義される各層から成り、第1層の一方の面に第2層が接合され、第1層の他方の面に第3層が接合される。(a) 第1層 (A) は、ケン化度 99 モル%以上の PVA より成る基体フィルムとその少なくとも片面に形成された透明なケイ素酸化物薄膜 (SO 薄膜) (2) とより構成される透明積層フィルムの単層体または積層体から成る。(b) 第2層 (B) は、PVA 以外の透明プラスチックより成るフィルムの単層体または積層体で構成され、少なくとも1層のフィルムの少なくとも片面には 100 ~ 5000 Å の透明な SO 薄膜 (4) が形成され、しかも、150℃で 30 分間加熱したときの縦方向と横方向の加熱収縮率の絶対値の和が 1% 以下であり、光線透過率が 85% 以上である耐熱性透明フィルムを少なくとも1層含む。

(c) 第3層 (C) は、ヒートシール可能な樹脂層から成る。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 下記の通り定義される第1層(A)、第2層(B)及び第3層(C)から成り、第1層の一方の面に第2層が接合され、第1層の他方の面に第3層が接合されていることを特徴とする耐熱性防湿フィルム。

(a) 第1層(A)は、ケン化度99モル%以上のポリビニルアルコールより成る基体フィルムとその少なくとも片面に形成された透明なケイ素酸化物薄膜とより構成される透明積層フィルムの単層体または積層体から成る。

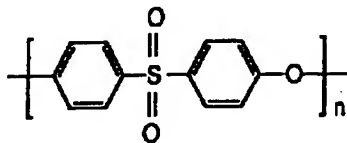
(b) 第2層(B)は、ポリビニルアルコール以外の透明プラスチックより成るフィルムの単層体または積層体で構成され、少なくとも1層のフィルムの少なくとも片面には100~5000Åの透明なケイ素酸化物薄膜が形成され、しかも、150℃で30分間加熱したときの縦方向と横方向の加熱収縮率の絶対値の和が1%以下であり、ASTM D-1003による光線透過率が85%以上である耐熱性透明フィルムを少なくとも1層含む。

(c) 第3層(C)は、ヒートシール可能な樹脂層から成る。

【請求項2】 耐熱性透明フィルムの厚みが、10~100μmの範囲であることを特徴とする請求項1記載の耐熱性防湿フィルム。

【請求項3】 耐熱性透明フィルムが、下記の化学式【化1】で表される繰り返し単位を有するポリエーテルサルフォン樹脂より成るフィルムであることを特徴とする請求項1又は2記載の耐熱性防湿フィルム。

【化1】



【請求項4】 ケイ素酸化物薄膜が、真空蒸着法、スパッタリング法、イオンプレーティング法のいずれかの方法によって形成されたものであることを特徴とする請求項1ないし3のいずれかに記載の耐熱性防湿フィルム。

【請求項5】 第1層(A)における基体フィルム及びケイ素酸化物薄膜の各厚さが、それぞれ、5~400μm、100~5000Åの範囲であり、第2層(B)と第3層(C)との合計厚さが、50~1000μmの範囲であることを特徴とする請求項1ないし4のいずれかに記載の耐熱性防湿フィルム。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、耐熱性防湿フィルムに関するものであり、詳しくは、透明で且つ高い耐熱性を有し、水蒸気などのガスを殆んど透過しない高度な防湿性能を有する耐熱性防湿フィルムに関するものである。

本発明の耐熱性防湿フィルムは、積層プラスチックフィルムとして構成され、そして、液晶ディスプレイのバックライト用EL素子などのパッケージフィルムとして好適である。

【0002】

【従来の技術】 液晶表示素子は、低消費電力駆動が可能であるという最大の特徴を活かし、OA機器をはじめとする各種分野で多用されている。一方、有機分散型のエレクトロルミネセンス素子(以下、「EL素子」と略記する)は、薄型、軽量の特徴を活かし、液晶表示素子用の安価な平面発光のバックライト(補助光源)として用途が広がりつつある。

【0003】 上記EL素子は、ZnS:Mn、ZnS:Cuなどの蛍光物質を含み、その発光輝度が吸湿により著しく損なわれるため、防湿性能の優れた透明なフィルムによりパッケージされて使用される。そして、パッケージは、一般的には、一方の面がヒートシール可能なシーラント層から成る2枚の防湿フィルムを用い、そして、これら2枚の防湿フィルムのシーラント層の間に挟み込みこんだEL素子を上下に配置した加熱ロール間に適当なニップ圧で通過させ、EL素子の全周囲のシーラント層をヒートシールする方法により行われる。

【0004】 従来、EL素子のパッケージには、フッ素化樹脂フィルム、特に、ポリ塩化三フッ化エチレン(以下、「PCTFE」と略記する))を主体にした積層フィルムが、優れた防湿性能、透明性を有するところから奨用されている。上記の積層フィルムは、一般には、厚さが70~300μm程度のPCTFEフィルムに、ヒートシール用のシーラントとして厚さが20~100μm程度のポリオレフィンを積層して構成され、水蒸気を透過し難いところから、既存の透明なプラスチックフィルムの中では最も防湿性能が優れたものであると言われている。また、最近では、透明なプラスチック基体フィルムの表面に、金属酸化物、特に、ケイ素あるいはアルミニウム系の透明な酸化物薄膜を設けた透明積層プラスチックフィルムが、ガスバリア性の包装材として商品化されている。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】 しかしながら、PCTFEを主体にした積層フィルムは、極めて高価であるために、バックライトの製造コストが高くなるという問題がある。加えて、上記の積層フィルムでは、雰囲気温度が50℃を越えるとその防湿性能が低下するため、高温下でのEL素子の寿命が極端に短くなるという問題がある。また、表面に金属酸化物の透明な薄膜を設けた透明積層プラスチックフィルムは、現状のままでは防湿性能が充分でないことから、EL素子のパッケージフィルムとして使用できるまでには至っていない。加えて、本発明者等の知見によれば、EL素子の封止工程において、パッケージフィルムは、110~150℃程度の加

3

熱ロールにて処理されるが、当該加熱により、用いる基体フィルムの種類によってはパッケージフィルムの防湿性能が損なわれるという問題がある。

【0006】上記のような理由から、E L素子のパッケージフィルムとして好適に使用でき、P C T F Eフィルムよりも安価で防湿性能の優れた透明なプラスチックフィルムの開発が望まれていた。本発明は、上記実情に鑑みなされたものであり、その目的とするところは、優れた透明性と防湿性を有し、強度、耐熱性および経済性の面でも優れた積層プラスチックフィルムより成る耐熱性防湿フィルムを提供することにある。

【0007】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、上記課題解決のために鋭意検討の結果、次のような知見を得た。

(1) 特定のポリビニルアルコールより成る基体フィルムの表面にケイ素酸化物薄膜を形成したフィルムは、優れた透明性および防湿性を有し、そして、ケイ素酸化物薄膜を表面に形成した他の透明なプラスチックフィルムで保護されることにより、高温、多湿な雰囲気下でも安定した防湿性能を長期間に亘って持続し得る。

(2) 上記の他の透明なプラスチックフィルムとして、特定物性のフィルムを含ませることにより、E L素子封止工程での加熱加圧を受けても、本来のガスバリア性能が維持され、防湿性能の低下が有効に防止され得る。

【0008】本発明は、上記知見を基に完成されたものであり、その要旨は、下記の通り定義される第1層

(A)、第2層(B)及び第3層(C)から成り、第1層の一方の面に第2層が接合され、第1層の他方の面に第3層が接合されていることを特徴とする耐熱性防湿フィルムに存する。

(a) 第1層(A)は、ケン化度99モル%以上のポリビニルアルコールより成る基体フィルムとその少なくとも片面に形成された透明なケイ素酸化物薄膜とより構成される透明積層フィルムの単層体または積層体から成る。

(b) 第2層(B)は、ポリビニルアルコール以外の透明プラスチックより成るフィルムの単層体または積層体で構成され、少なくとも1層のフィルムの少なくとも片面には100~5000Åの透明なケイ素酸化物薄膜が形成され、しかも、150℃で30分間加熱したときの縦方向と横方向の加熱収縮率の絶対値の和が1%以下であり、ASTM D-1003による光線透過率が85%以上である耐熱性透明フィルムを少なくとも1層含む。

(c) 第3層(C)は、ヒートシール可能な樹脂層から成る。

【0009】以下、本発明を詳細に説明する。本発明の耐熱性防湿フィルムは、前記のように定義される第1層(A)、第2層(B)及び第3層(C)から成り、第1層(A)の一方の面に第2層(B)が接合され、他方の

4

面に第3層(C)が接合されて構成される。

【0010】先ず、上記の各層について順次説明する。

(1) 第1層(A)

本発明に係る耐熱性防湿フィルムにおいて、第1層(A)は、ケン化度が99モル%以上のポリビニルアルコール(以下、「PVA」と略記する)より成る基体フィルムとその少なくとも片面に形成された透明なケイ素酸化物薄膜(以下、「SO薄膜」と略記する)とより構成される透明積層フィルムの単層体または積層体から成る。

【0011】基体のPVAフィルムは、ケン化度が99モル%以上であるPVAから成ることが必要である。99モル%未満のケン化度のPVAから成るフィルムでは、このフィルムの表面にSO薄膜を形成しても優れた防湿性能は得られない。PVAフィルムは、未延伸フィルムでも延伸フィルムでもよいが、フィルム強度および防湿性能の点から、延伸フィルム、特に、3×3倍程度に延伸された二軸延伸フィルムが好ましい。また、その厚さは、5~400μmの範囲で選ぶことができ、10~200μmの範囲で選ぶのが好ましい。

【0012】PVAフィルム表面に形成されるSO薄膜は、フィルムの片面だけに形成しても、両面に形成しても構わないが、高度の防湿性能を長期に保持させるには、むしろ、保護層として機能する第2層(B)を積層すべき面だけに形成した方がよい。SO薄膜の形成は、一酸化ケイ素、二酸化ケイ素、または、それらの混合物等を蒸着原料とし、真空蒸着法、スパッタリング法またはイオンプレーティング法のいずれかの方法により行うことができる。その外にも、蒸着原料としてケイ素、一酸化ケイ素、二酸化ケイ素、または、それらの混合物等を用い、酸素ガスを供給しながら行なう反応蒸着法も採用することができる。

【0013】SO薄膜の形成に先立って、薄膜と基体フィルムの接着強度を上げるため、アンカーコート剤を使用することも可能である。好適なアンカーコート剤としては、イソシアネート系、ポリエチレンイミン系、有機チタン系などの接着促進剤およびポリウレタン、ポリエステル系などの接着剤を挙げることができる。また、アンカーコート剤として、ポリエチレン系、ポリエステル系、ポリアミド系の無溶剤タイプの接着剤を使用してもよい。

【0014】SO薄膜は、10重量%以下であれば、その中に不純物として、カルシウム、マグネシウム又はそれらの酸化物等が混入していても、目的とする防湿性能の極端な低下は認められない。SO薄膜の厚さは、100~5000Åの範囲で選ぶのがよい。SO薄膜の厚さが100Å未満であると、防湿性能が不十分であり、また5000Åを越えると、フィルムにカールが発生して問題となったり、SO薄膜自体に亀裂や剥離が生じ易いので好ましくない。

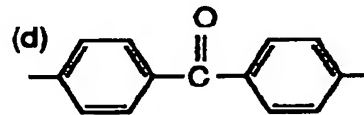
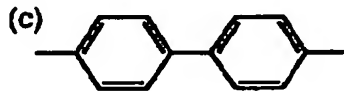
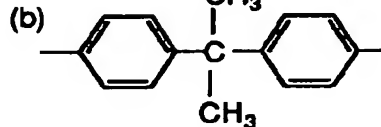
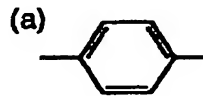
5

【0015】上記の第1層(A)は、前記のPVAより成る基体フィルムの片面に透明なSO薄膜を有する透明積層フィルム1枚から成る単層体または透明積層フィルム2枚以上を透明な接着剤を用いて接合した積層体のいずれであってもよい。単層体同士を接合する場合に用いることのできる接着剤としては、ウレタン系、アクリル系、ポリエステル系等のものを挙げることができる。

【0016】(2) 第2層(B)

本発明においては、前記第1層(A)の一方の面、好ましくは、SO薄膜側の面に、第2層(B)が接合される。第2層(B)は、保護層として機能し、PVA以外の透明プラスチックより成るフィルムの単層体または積層体から成る。また、第2層(B)は、これを構成する少なくとも1層のフィルムの少なくとも片面には100~5000Åの透明なSO薄膜が形成されている。しかも、第2層(B)は、耐熱性透明フィルムを少なくとも1層含む。

【0017】本発明において、耐熱性透明フィルムとは、150℃で30分間加熱したときの縦方向と横方向の加熱収縮率の絶対値の和が1%以下であり、ASTM D-1003による光線透過率(以下、単に光線透過率と略称する)が85%以上であるフィルムを言う。な*



【0021】上記のような芳香族ポリサルホン系樹脂としては、具体的には、下記の化学式【化3】及び【化4】中(1)~(10)で表される繰り返し単位を有す

6

*お、上記の加熱収縮率は、150℃に制御された熱風オーブン中にて加熱した後の測定値を意味する。

【0018】PVA以外の透明プラスチックフィルムは、特に限定されず、例えば、ポリエチレンテレフタレート、ポリアセテート、ポリプロピレン又はポリアミドより成るフィルムが挙げられる。また、以下に記載した耐熱性透明フィルムも使用することができる。特に、PVA以外の透明プラスチックフィルムとしては、ポリエチレンテレフタレートの二軸延伸フィルムが好適である。一方、第2層(B)に用いる耐熱性透明フィルムは、前記の特性を有する限り、その原料樹脂は特に制限されないが、以下に説明するポリサルホン系樹脂、ポリアリレート系樹脂またはポリイミド系樹脂等を原料とする各フィルムが挙げられる。

【0019】上記のポリサルホン系樹脂としては、耐熱性の面から、主鎖中にスルホン結合およびエーテル結合を有し、これらの結合の間に下記の化学式【化2】中の(a)~(d)に例示されるような芳香族残基が結合した芳香族ポリサルホン系樹脂が好適に使用される。

【0020】

【化2】

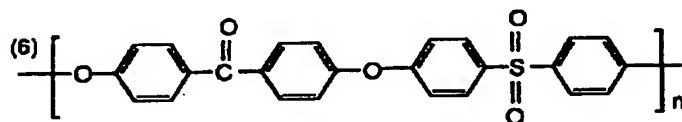
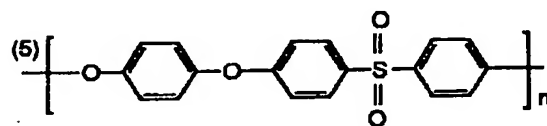
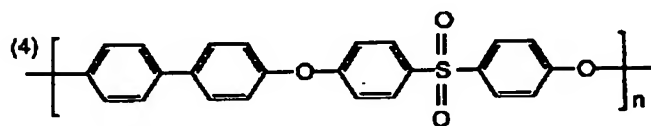
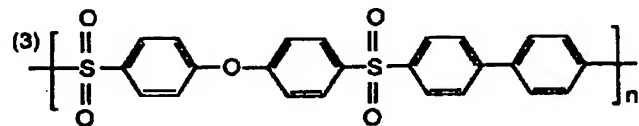
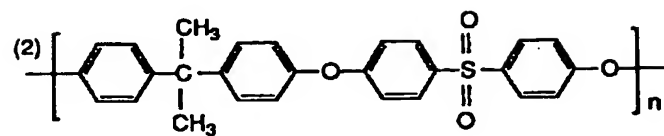
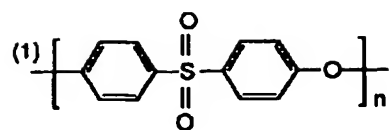
る各種の樹脂を例示することができる。

【0022】

【化3】

7

8

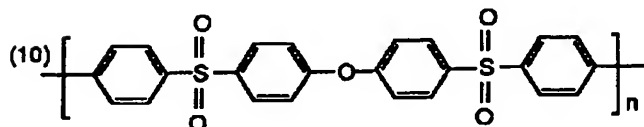
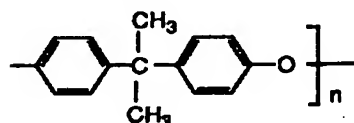
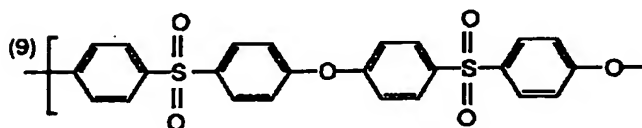
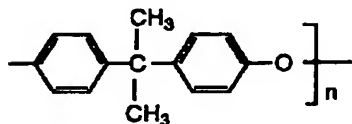
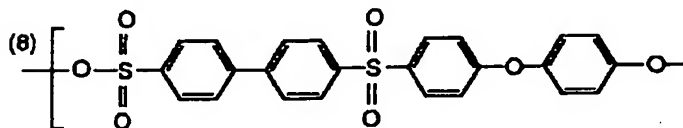
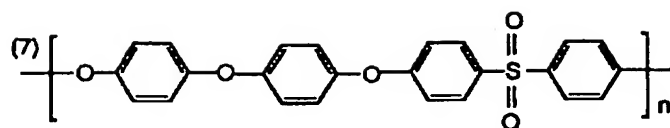


【0023】

【化4】

9

10



【0024】上記の芳香族ポリサルフォン系樹脂において、繰返し単位(1)を有する樹脂より成るフィルムと繰返し単位(2)を有する樹脂より成るフィルムは、いずれも、既に市販されており入手が容易であるために好適に使用することができる。なお、前記の化学式【化3】及び【化4】中の重合度(n)は、フィルム化し得る限り特に制限はないが、繰返し単位(1)を有する樹脂では100~160、繰返し単位(2)を有する樹脂では50~80の範囲である。

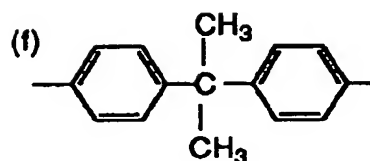
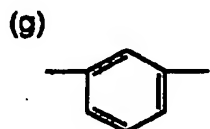
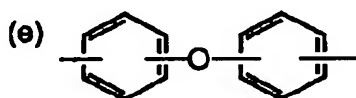
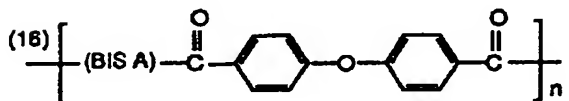
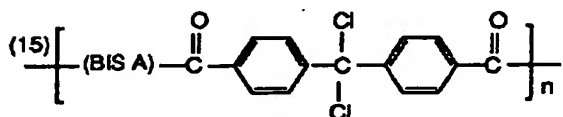
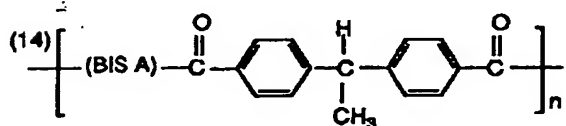
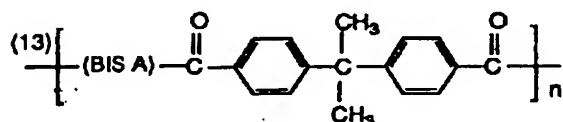
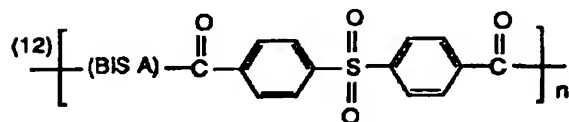
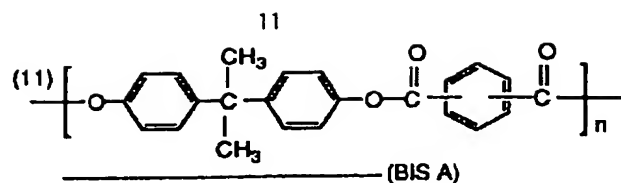
30

【0025】前記のポリアリレート系樹脂としては、2価フェノールと芳香族ジカルボン酸との重縮合体が使用できる。具体的には、下記の化学式【化5】中(11)~(16)で表される繰返し単位を有する各種の樹脂を例示することができる。なお、化学式【化5】中の略号(BIS A)は、ビスフェノールAの残基を表す。

40

【0026】

【化5】



12

* 【0027】上記の化学式【化5】中の重合度(n)

は、フィルム化し得る限り特に制限はないが、繰返し単位(11)を有する樹脂では50~110の範囲である。繰返し単位(11)を有するポリアリレート樹脂より成るフィルムは、既に市販されており入手が容易であるために好適に使用することができる。

【0028】前記のポリイミド系樹脂としては、主鎖中にイミド結合のみを有する狭義のポリイミド樹脂の外、イミド結合とエーテル結合とを有するポリエーテルイミド樹脂およびイミド結合とアミド結合とを有するポリアミドイミド樹脂が使用できる。斯かるポリイミド系樹脂においては、耐熱性の面から、上記各結合の間に下記の化学式【化6】中の(e)~(g)に例示されるような芳香族残基が結合した芳香族ポリイミド系樹脂が好適に使用される。

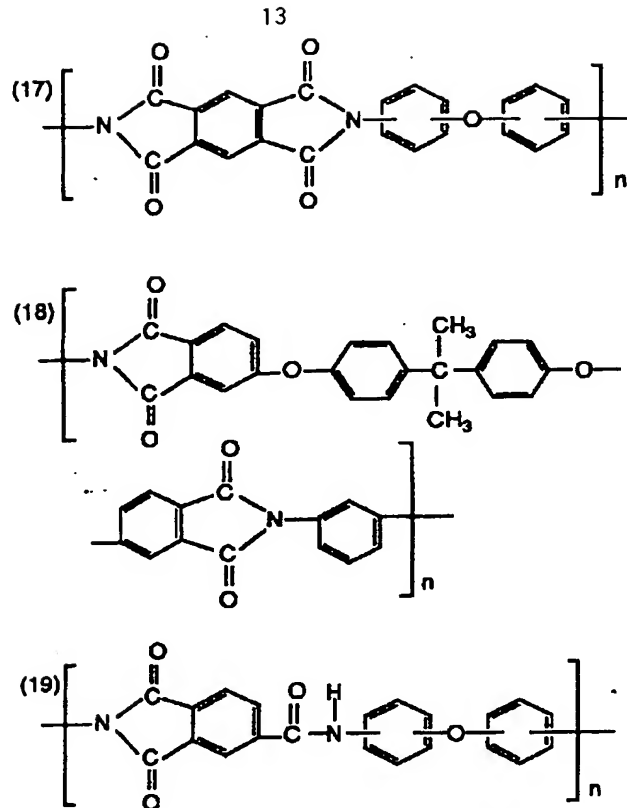
【0029】

【化6】

【0030】上記のようなポリイミド系樹脂としては、具体的には、下記の化学式【化7】中(17)~(19)で表される繰返し単位を有する各種の樹脂を例示することができる。繰返し単位(17)を有する樹脂はポリイミド樹脂、繰返し単位(18)を有する樹脂はポリエーテルイミド樹脂、繰返し単位(19)を有する樹脂はポリアミドイミド樹脂である。なお、市販のポリイミド系樹脂フィルムには着色したものがあるが、本発明においては、光線透過率が85%以上のフィルムはいずれも使用することができる。

【0031】

【化7】



【0032】本発明においては、上記の各耐熱性透明フィルムの中では、特に、慣用的にポリエーテルサルホン樹脂と呼ばれる、繰り返し単位(1)を有する樹脂より成るフィルムが最も好ましい。何故ならば、慣用的にポリサルホン樹脂と呼ばれる、繰り返し単位(2)を有する樹脂またはポリアリレート系樹脂より成るフィルムは、耐溶剤性が必ずしも充分でないため、フィルムを後述するようにドライラミネートする場合には、フィルム表面が侵され易いという難点があるが、上記ポリエーテルサルホン樹脂より成るフィルムには、斯かる問題は全くないからである。

【0033】第2層(B)を構成する前記の透明プラスチックフィルムの厚みは、特に制限されないが、前記の耐熱性透明フィルムの厚みは、10~100 μ mの範囲から選択するのが好ましい。

【0034】本発明に係る耐熱性防湿フィルムは、第2層(B)中に150℃で30分間加熱したときの縦方向と横方向の加熱収縮率の絶対値の和が1%以下である耐熱性透明フィルムを少なくとも1層含むことにより、優れた防湿性能を発揮するが、これは、次のような作用に基づくものと推定される。すなわち、第2層(B)が積層体である場合においても、全体として加熱収縮率が低くなる。その結果、EL素子の封止工程で加熱される場合、第2層(B)のSO薄膜の亀裂発生が防止されるみならず、これに接合される第1層(A)の基体フィルムの収縮が抑制されるため、基体フィルム表面のSO薄膜の亀裂発生などが有効に防止される。また、本発明に係

14

る耐熱性防湿フィルムは、上記の耐熱性透明フィルムが光線透過率が85%以上のものであるため、他の透明プラスチックフィルムと積層して使用される場合においても、第2層(B)として一層良好な透明性を確保でき、封止されたEL素子の発光光線を良好に透過させることができる。

【0035】第2層(B)は、上記のような透明プラスチックフィルムの単層体または積層体で構成され、単層体の場合には、これ自体を前記耐熱性透明フィルムで構成する必要がある。積層体として使用する場合には、耐熱性透明フィルムを最外層に位置させるのが好ましい。積層体を構成する際の接合用接着剤としては、前記のウレタン系、アクリル系、ポリエステル系等の接着剤を用いることができる。

【0036】第2層(B)は、これを構成する少なくとも1層の透明プラスチックフィルムの少なくとも片面にSO薄膜を形成し、透明積層フィルムとして使用する。第2層(B)が単層体の場合には、これ自体(耐熱性透明フィルム)にSO薄膜を形成して透明積層フィルムとする必要がある。SO薄膜の形成は、PVAフィルム表面にSO薄膜を形成する前述の方法により行うことができ、そして、その厚さは、100~5000Åの範囲にする必要がある。SO薄膜の厚さが100Å未満であると、防湿性能が不十分であり、また5000Åを越えると、フィルムにカールが発生して問題となったり、SO薄膜自体に亀裂や剥離が生じ易い。

【0037】第2層(B)は、耐熱性透明フィルムが外表面に露出するように、第1層(A)に接合するのが好ましく、このような層構造により、SO薄膜自体を引っ掻きや押し潰しから保護することができ、その結果、該SO薄膜の破損により懸念される防湿性能の低下の問題もなくなる。

【0038】(3) 第3層(C)

本発明においては、第1層(A)の他方の面、好ましくはPVAフィルム側の面に、第3層(C)が接合される。第3層(C)は、シーラントとして機能し、ヒートシール可能な樹脂層から成る。

【0039】ヒートシール可能な樹脂としては、低密度ポリエチレン、エチレン-酢酸ビニル共重合体、ポリプロピレン、エチレン-アクリル酸塩共重合体(アイオノマー)等の一般的なものを使用できる。そして、EL素子用のパッケージフィルムなどのように高度な防湿性能が要求される用途には、シール面からの透湿を防ぐ意味から、エチレン-アクリル酸共重合体(EAA)、エチレン-エチルアクリレート共重合体(EEA)が好ましい。

【0040】次に、前記各層を接合した積層構造について説明する。第1層(A)面に第2層(B)及び第3層(C)を接合する場合には、ウレタン系接着剤、アクリル系接着剤、ポリエステル系接着剤などを用いるドライ

15

ラミネート法または押出ラミネート法などの公知の方法を採用することができる。また、第3層(C)としてフィルムを接合する場合、このフィルムは、未延伸のもの又は一軸あるいは二軸に延伸したフィルムのいずれであってもよい。なお、第3層(C)の積層順序は、第1層(A)のSO薄膜の形成の前でも、後でもかまわない。第3層(C)は、上記の外、接着剤を使用せずに、第1層(A)に対し、好ましくはPVAフィルム面に対し、押出コートにより設けることもできる。

【0041】本発明の耐熱性防湿フィルムは、EL素子のパッケージフィルムとして特に好適に使用されるが、勿論、防湿を必要とする他の被包装物に対するパッケージフィルムとしても好適に使用し得る。そして、包装する内容物によっては、防湿フィルムの性能として防湿性能以外に紫外線遮断能が必要とされるが、本発明による耐熱性防湿フィルムでは必要に応じて紫外線遮断性能を付与することが可能である。例えば、上記の各層の接合の際に、接着剤層に紫外線吸収能を有する物質を添加しておくことにより、紫外線遮断能を有する防湿フィルムを得ることができる。

【0042】紫外線吸収剤は、ベンゾフェノン、ベンゾトリアゾール系など市販のものが1種または何種類か組合せて用いられ、必要とされる紫外線吸収能によって紫外線吸収剤の使用量が決められる。なお、紫外線遮断能は、上記の各層を形成するフィルムとして紫外線吸収能を有する物質を配合したフィルムを使用することによっても付与することができることはいうまでもない。

【0043】本発明に係る防湿フィルムにおいては、第2層(B)と第3層(C)の合計厚さは、50~1000 μ mの範囲が好ましく、また全体の厚さは、強度、柔軟性、経済性などの点から100~1100 μ mの範囲が好ましく、150~300 μ mの範囲がより好ましい。接着剤層を除いた各層の厚さの比(A):(B):(C)は、1:1~10:1~10であることが好ましい。なお、第1層(A)と第2層(B)との間、または、第1層(A)と第3層(C)との間に、全体の厚さ調整のため、透明なプラスチックフィルムを介在させることもできる。介在させるプラスチックフィルムは、透明であれば特に限定されないが、第2層(B)を形成するプラスチックフィルムと同種のものが好適に使用される。介在させるプラスチックフィルムの厚さは、防湿フィルム全体の厚さとの関係で選択される。

【0044】次に、本発明に係る防湿フィルムの層構造の具体例について説明する。図1~5は、本発明の耐熱性防湿フィルムの具体的構造例を示す断面略図である。なお、以下の説明において、「SO薄膜」は透明なSO薄膜を意味し、「フィルム」は、特に断わりがない限り、本発明で規定する耐熱性透明フィルムを意味する。

【0045】図1は、本発明に係る耐熱性防湿フィルムの基本的構造を示すものである。第1層(A)は、PVA

16

Aフィルム(1)の片面にSO薄膜(2)を形成した透明積層フィルムの単層体から成る。そして、そのSO薄膜(2)側に、フィルム(3)の片面にSO薄膜(4)を形成した透明積層フィルムの単層体から成る第2層(B)が、SO薄膜(4)を内側にして接着剤層(a)を介して接合され、更に、第1層(A)のPVAフィルム側(1)に、接着剤層(a)を介してヒートシール可能な樹脂より成る第3層(C)が接合された構造となっている。

【0046】図2は、他の構造例を示し、図1の構造例において、第2層(B)として2枚のフィルムを含む積層構造体を用いた例である。すなわち、図2中の第2層(B)においては、フィルム(3)の片面にSO薄膜(4)を形成した透明積層フィルムのフィルム側に、フィルム(5)の片面にSO薄膜(6)を形成した透明積層フィルムが、SO薄膜(6)を内側にして接着剤層(a)を介して接合されている。そして、この積層構造体より成る第2層(B)が、SO薄膜(4)を内側にして接着剤層(a)を介して第1層(A)のSO薄膜(2)側に接合されている。なお、上記図2の構造例においては、フィルム(3)は、本発明で規定する耐熱性透明フィルム以外の透明プラスチックフィルムとしてもよい。

【0047】図3は、更に他の構造例を示し、図2の構造例と同様に、第2層(B)として、2枚のフィルムを含む積層構造体を用いた例であるが、図2のものと異なる点は、第2層(B)中にSO薄膜が1層しか形成されていない点である。すなわち、図3中の第2層(B)においては、フィルム(3)の片面にSO薄膜(4)を形成した透明積層フィルムのSO薄膜(4)側に、SO薄膜を形成していないフィルム(5)が、接着剤層(a)を介して接合されている。そして、この積層構造体より成る第2層(B)が、フィルム(3)を内側にして接着剤層(a)を介して第1層(A)のSO薄膜(2)側に接合されている。なお、上記図3の構造例においても、フィルム(3)は、本発明で規定する耐熱性透明フィルム以外の透明プラスチックフィルムとしてもよい。

【0048】図4は、更に他の構造例を示し、図2及び図3の構造例と同様に、第2層(B)として積層構造体を用いた例であるが、これらと異なる点は、耐熱性の高い通常の透明プラスチックフィルムを更に1枚加えて3枚の透明プラスチックフィルムを含む積層構造体とした点である。すなわち、図4中の第2層(B)においては、フィルム(3)の片面にSO薄膜(4)を形成した透明積層フィルムのSO薄膜(4)側に、耐熱性の高い通常の透明プラスチックフィルム(5)の片面にSO薄膜(6)を形成した透明積層フィルムが、フィルム(5)側を内側にして接着剤層(a)を介して接合され、SO薄膜(6)側に、SO薄膜を形成していないフィルム(7)が、接着剤層(a)を介して接合されてい

17

る。そして、この積層構造体より成る第2層(B)が、フィルム(3)側を内側にして接着剤層(a)を介して第1層(A)のSO薄膜(2)側に接合されている。なお、上記図4の構造例においては、フィルム(3)は、本発明で規定する耐熱性透明フィルム以外の透明プラスチックフィルムとしてもよい。

【0049】図5は、更に他の構造例を示し、図4の構造例において、第1層(A)として積層構造体を用いた例である。すなわち、PVAフィルム(1)の片面にSO薄膜(2)を形成した2枚の透明積層フィルムを接着剤層(a)を介して接合して積層構造体となし、この積層構造体より成る第1層(A)のSO薄膜(2)側に、図4の構造例における3層構造体から成る第2層(B)が、フィルム(3)を内側にして接着剤層(a)を介して接合された構造となっている。

【0050】本発明に係る耐熱性防湿フィルムにおいて、その基本的機能の防湿性は、第1層(A)のPVAフィルム表面に形成したSO薄膜が、第2層(B)で保護されることにより実現される。そして、上記の優れた防湿性は、次のような作用に基づいて発現されるものと推定される。一般に、PVAフィルム表面に形成したSO薄膜のケイ素の結合エネルギーは、この薄膜の厚み方向に対し特異な値を示し、フィルム近傍部において表層部や中央部より大きなエネルギーを持ち、斯かるSO薄膜を形成したPVAフィルムは、常温下では優れた防湿性能を有する。

【0051】しかしながら、高温、多湿の雰囲気下では、PVAフィルムが吸湿し、寸法変化を起こすことにより表面のSO薄膜が破壊され、折角の防湿性が損なわれる。上記の問題は、PVAフィルムをフィルムで保護することによって解決されようが、通常のフィルム若しくはPVDCフィルム又はPVDCをコーティングしたフィルム等では高湿時の防湿性能の劣化が著しくて、50℃以上ではPVAフィルムの吸湿防止効果は殆ど期待できない。これに対し、本発明において第2層(B)として使用するSO薄膜を有する透明積層フィルムは、高温領域での防湿性能の劣化がごくわずかであるため、高温領域でも第1層(A)の透明フィルムを有効に保護し、SO薄膜を形成したPVAフィルムの優れた防湿性能が高温領域でも保持できると考えられる。

【0052】また、本発明に係る耐熱性防湿フィルムは、第2層(B)中に150℃で30分間加熱したときの縦方向と横方向の加熱収縮率の絶対値の和が1%以下の耐熱性透明フィルムを含むために、例えば、EL素子封止時において、第2層(B)のSO薄膜の亀裂みならず、これに接合される第1層(A)の基体フィルムの収縮をもが抑制され、基体フィルム表面のSO薄膜の亀裂発生などが有効に防止されることが考えられる。よって、本発明に係る耐熱性防湿フィルムは、液晶ディスプレイのバックライト用途のみならず、自動車や照明用途に使用

18

可能なEL素子用のパッケージフィルムとして十分に使用することができる。

【0053】

【実施例】以下、本発明を実施例および比較例により、更に詳細に説明するが、本発明は、その要旨を超えない限り、以下の実施例に限定されるものではない。なお、以下の諸例において、各物性値は、次の方法によって測定したものである。

(1) SO薄膜の厚さ

10 薄膜形成時に水晶式膜厚計によって測定した。

(2) 加熱収縮率(%)

フィルムを熱風オープンにより、150℃×30分間加熱し、加熱前後の縦、横の寸法の変化率から求めた。

【0054】(3) 透湿度(g r/m²・24H)

20 所定の防湿フィルムから、70×70mmの3方シール(シール幅5mm)の袋を作成し、該袋の中に、EL素子の代替として、吸湿性の強い絶乾状態の厚紙を入れ、2本の加熱ゴムロールの間を通して残りの1辺をシールし、厚紙封入サンプルとした。なお、シール条件は、加熱温度150℃、ロール圧力10Kg/cmとした。上記の厚紙封入サンプルを夫々10個ずつ50℃×90%RHの雰囲気下に約500時間放置し、全体の重量変化から防湿フィルムの透湿度を求めた。

(4) 透明性(%)

日立製作所製の分光光度計を用いて可視光におけるフィルムの光線透過率を測定し、550nmにおける光線透過率をフィルムの透明性とした。

【0055】実施例1

本実施例で使用したフィルムは次の通りである。

30 <積層フィルム(A)>ケン化度99.9モル%のPVAより成る二軸延伸フィルム(延伸倍率3×3倍、厚さ12μm)を基体フィルムとし、その一方の表面に、5×10⁻⁵torrの真空下、電子ビーム加熱方式で、純度99.9%の一酸化ケイ素(SiO₂)を加熱蒸発させて、厚さ1000Åの透明なSO薄膜を形成させたものの。

【0056】<積層フィルム(B)>次の積層フィルム(B-1)及び(B-1)を組み合わせて使用した。

(1) 積層フィルム(B-1)

40 ポリエチレンテレフタレート(以下、「PET」と略記する)より成る二軸延伸フィルム(延伸倍率3×3倍、厚さ12μm)の片面に、上記と同様の方法により、厚さ1000ÅのSO薄膜を形成させたものを2枚調製、一方のSO薄膜面と他方の非SO薄膜面とをウレタン系接着剤で接合したもの。

(2) 耐熱性フィルム(B-2)

50 ポリエーテルサルフォン樹脂より成る厚さ50μmの未延伸フィルムであり、150℃にて30分間加熱した後の収縮率が、縦方向(MD)で0.10%、横方向(TD)で0.09%であり、光透過率が88%のもの。

19

【0057】＜シーラントフィルム＞エチレン-エチル
アクリレート共重合体（E E A）より成る厚さ50 μ m
の未延伸フィルム。

【0058】先ず、上記積層フィルム（A）のSO薄膜
面と積層フィルム（B-1）の非SO薄膜面とをウレタ
ン系接着剤（以下、単に「接着剤」と略記する）を用い
て接合し、次いで、得られた接合体の積層フィルム（B
-1）のSO薄膜面と耐熱性フィルム（B-2）とを接
着剤を用いて接合し、4層構成の積層フィルムとした。

【0059】上記の4層構造の積層フィルムの積層フィ
ルム（A）側に上記シーラントフィルム（C）を接着剤
を用いて接合し、図4に示すような、透明な5層構造の
積層フィルムを得た。得られた積層フィルムについて、
EL素子の封止工程の代替試験として、前述の方法によ
り、透湿度を測定した。また、前述の方法により、透明
性を測定した。これらの結果を積層フィルムの構造と共
に表1～3に示す。なお、表2中、積層フィルム（B-
2）の各記号の意味は、次の通りである。

PES：前記の化学式【化3】中の（1）で表される繰
り返し単位を有するポリエーテルサルホン樹脂より成
るフィルム（三井東圧化学（株）製、商品名TALPA
-1000（Tg：225℃）

PSF：前記の化学式【化3】中の（2）で表される繰

20

り返し単位を有するポリサルホン樹脂より成るフィル
ム（住友ベークライト（株）製、商品名スミライトFS
-1300（Tg：223℃）

PAr：前記の化学式【化5】中の（11）で表される
繰り返し単位を有するポリアリレート樹脂より成るフィ
ルム（住友化学（株）製、商品名エスベックス-R（T
g：193℃）

PI：前記の化学式【化7】中の（17）で表される
繰り返し単位を有するポリイミド樹脂より成るフィルム
PET：ポリエチレンテレフタレートフィルム

【0060】実施例2～7及び比較例1～5

表1の記載した通り、積層フィルムの構造を変更した外
は、実施例1と同様にして各種の積層フィルムを得た。
得られた各積層フィルムの構成および各物性値の測定結
果を表1～3に示す。なお、各積層フィルムにおけるシ
ーラントフィルムは実施例1と同一であり、表1には記
載を省略してある。表1～3に示した結果から明らかな
ように、第2層（B）中に、所定の耐熱性透明フィルム
を含ませたことにより、透湿度および透明性を改善した
耐熱性防湿性フィルムが得られる。

【0061】

【表1】

21

22

項目 例番号	第 1 層 (A)		
	フィルムの種類	ケン化度 (モル%)	SO 薄膜厚み (Å)
実施例 1	PVA	99.9	1000
実施例 2	PVA	99.9	1000
実施例 3	PVA	99.9	1000
実施例 4	PVA	99.9	1000
実施例 5	PVA	99.9	100
実施例 6	PVA	99.9	1000
実施例 7	PVA	99.9	1000
比較例 1	PET	—	1000
比較例 2	PVA	94.0	1000
比較例 3	PVA	99.9	1000
比較例 4	PVA	99.9	1000
比較例 5	PVA	99.9	1000

【0062】

【表 2】

項目 例番号	第 2 層 (B)							
	(B - 1)			(B - 2)				
	フィルム の種類	SO 薄膜厚み (Å)	フィル ム枚数	フィルム の種類	厚さ (μ m)	加熱収縮率 (%)		光線 透過率 (%)
						MD	TD	
実施例 1	PET	1000	2	PES	50	0.10	0.09	88
実施例 2	PET	1000	2	PES	25	0.12	0.11	89
実施例 3	PET	1000	2	PSF	50	0.07	0.04	89
実施例 4	PET	1000	2	PAr	50	0.12	0.06	90
実施例 5	PET	1000	2	PES	50	0.10	0.09	88
実施例 6	PET	100	2	PES	50	0.10	0.09	88
実施例 7	PET	1000	1	PES	50	0.10	0.09	88
比較例 1	PET	1000	2	PES	50	0.10	0.09	88
比較例 2	PET	1000	2	PES	50	0.10	0.09	88
比較例 3	PET	50	2	PES	50	0.10	0.09	88
比較例 4	PET	1000	2	PET	50	1.25	0.22	90
比較例 5	PET	1000	2	PI	50	0.07	0.16	49

【 0 0 6 3 】

【表 3】

〔表2のつづき〕

項目 例番号	全体厚さ (含 シーラントフィルム) (μm)	透 湿 度 ($\text{gr}/\text{m}^2 \cdot 24\text{H}$) $50^\circ\text{C} \times 90\% \text{RH}$	透 明 性 (%)
実施例 1	186	0.09	75
実施例 2	161	0.12	75
実施例 3	186	0.09	75
実施例 4	186	0.09	76
実施例 5	186	0.18	76
実施例 6	186	0.21	77
実施例 7	186	0.22	77
比較例 1	186	1.05	75
比較例 2	186	1.23	75
比較例 3	186	1.10	78
比較例 4	186	3.00	75
比較例 5	186	0.09	39

【0064】

【発明の効果】本発明に係る耐熱性防湿フィルムは、透明性に優れ、かつ、極めて優れた防湿性を有するものである。そして、柔軟性があって、強度および経済性の面でも優れたものである。また、苛酷な条件で長期間使用されても防湿性能が損なわれることはない。従って、苛酷な条件下で長期間に亘って使用される液晶ディスプレイのバックライン用Eし素子等のパッケージフィルムなど高度な防湿性能が要求される用途に好適であり、その工業的価値は極めて大である。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明に係る耐熱性防湿フィルムの具体的構造例を示す断面図である。

【図2】本発明に係る耐熱性防湿フィルムの具体的構造例を示す断面図である。

* 【図3】本発明に係る耐熱性防湿フィルムの具体的構造例を示す断面図である。

【図4】本発明に係る耐熱性防湿フィルムの具体的構造例を示す断面図である。

【図5】本発明に係る耐熱性防湿フィルムの具体的構造例を示す断面図である。

【符号の説明】

(A) : 第1層

(B) : 第2層

(C) : 第3層

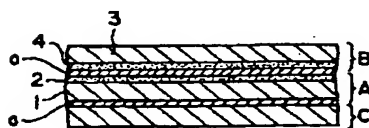
(a) : 接着剤層

(1) : ポリビニルアルコールフィルム

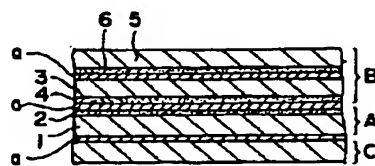
(2)、(4)、(6) : ケイ素酸化物薄膜

(3)、(5)、(7) : 透明フィルム

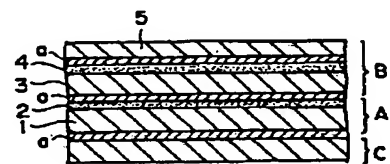
【図1】



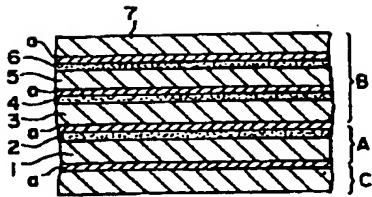
【図2】



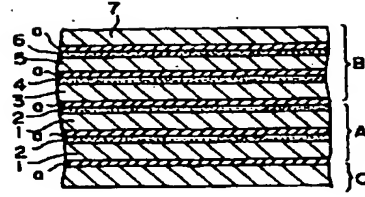
【図3】



【図 4】



【図 5】



フロントページの続き

(51)Int.Cl.⁵

C 2 3 C 14/10

H 0 5 B 33/04

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

8414-4K

8815-3K

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☒ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.